

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—9028

⑤Int. Cl.³
C 07 C 49/83
45/42

識別記号

庁内整理番号
7824—4H
7824—4H

④公開 昭和55年(1980)1月22日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭新規の3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン及びその製法

②特 願 昭53—81433

②出 願 昭53(1978)7月6日

⑦発明者 塩入孝之
名古屋市昭和区鶴舞3—18—14

⑦発明者 河合伸高
東京都文京区千駄木2—5—9

⑦発明者 伴正敏

岐阜市加納栄町通り5丁目40番地

⑦出 願 人 塩入孝之

名古屋市昭和区鶴舞3—18—14

⑦出 願 人 株式会社三和化学研究所
名古屋市東区東外堀町2丁目3番地

⑦代理人 弁理士 佐々木功

明 細 書

1. 発明の名称 新規の3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン及びその製法

2. 特許請求の範囲

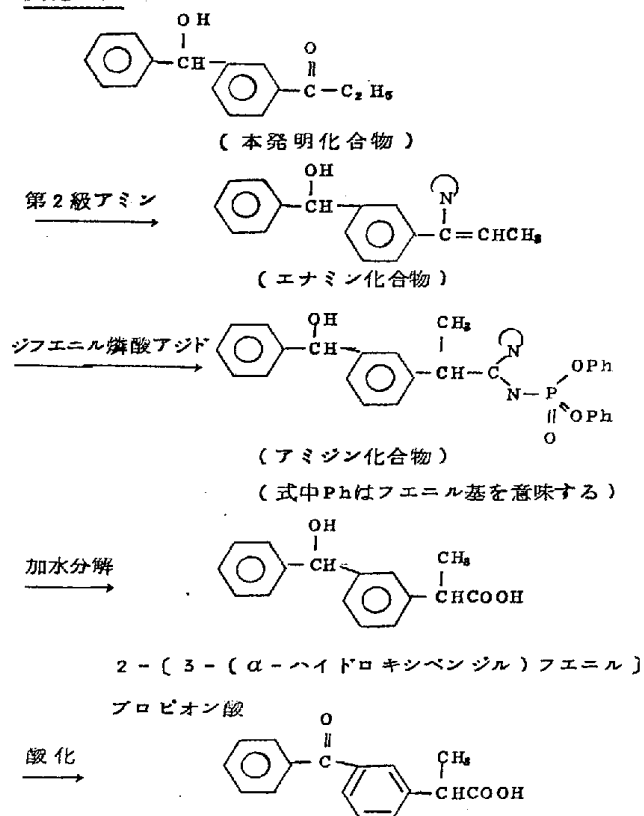
1. 新規の3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン。
2. 3'-プロモプロピオフェノンエチレンアセタールとn-ブチルリチウムとを反応せしめ、更にベンズアルデヒドを反応させ、生成物を加水分解することを特徴とする新規の3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノンの製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、新規物質である3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン及びその製法に係る。

本発明に依る化合物は、次の反応式Iにて示されるように、消炎鎮痛剤として有用な公知化合物である2-(3-ベンゾイルフェニル)プロピオン酸製造のための出発物質として極めて有用である。

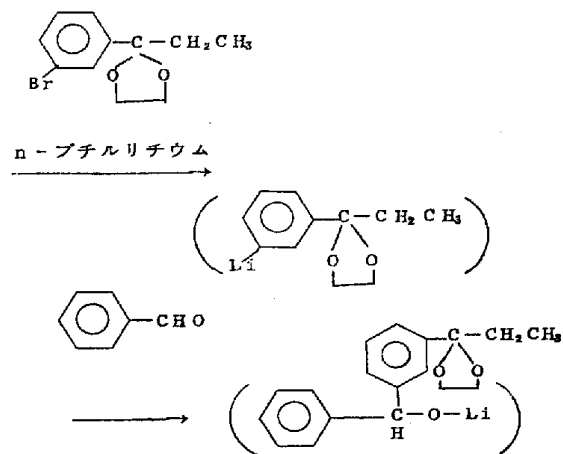
反応式 I



2-(3-ベンゾイルフェニル)プロピオン酸

本発明に依る化合物は、次の反応式Ⅰにて示されるように、3'-ブロモプロピオフェノンエチレンアセタールとn-ブチルリチウムとを反応せしめ、更にベンズアルデヒドと反応させ、生成物を加水分解することにより製造することができる。

反応式Ⅰ



- 3 -

3'-ブロモプロピオフェノン 10.65g と、エチレングリコール 8.3ml と、P-トルエンスルホン酸 0.48g とをベンゼン 100ml 中に添加し、コープの装置にて 7 時間還流処理する。反応生成物にベンゼン 100ml を添加し、飽和重炭酸ナトリウム水溶液にて洗浄し、硫酸マグネシウム上にて乾燥した後減圧濃縮し、残渣を減圧蒸溜すれば、無色油状物質として目的化合物 11.32g (収率 88%) が得られる。

沸 点 94~96°C (5mm Hg)

元素分析 C₁₁H₁₃O₂Br

計 算 C 51.38 H 5.10

実 測 C 51.28 H 5.08

NMR スペクトル: CCl₄ δ ppm

0.88 (3H, t, J=7.2Hz CH₂CH₃)

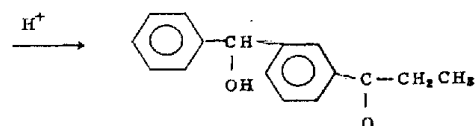
1.80 (2H, q, J=7.2Hz CH₂CH₃)

3.8 (4H, m, -O-CH₂-CH₂-O-)

7.5~6.9 (4H, m, 芳香族H)

実施例

3'-(α-ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン

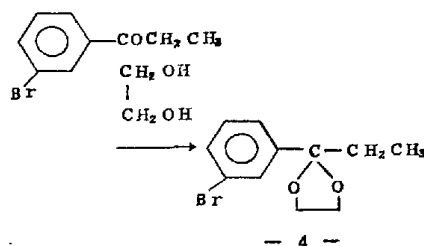


原料物質である 3'-ブロモプロピオフェノンエチレンアセタールは、プロピオフェノンから容易に合成できる (Org. Synth. Collec. Vol. 120) 3'-ブロモプロピオフェノンとエチレングリコールとを反応せしめることにより製造することができる。

次に参考例及び実施例に関連して本発明を更に詳細に説明する。

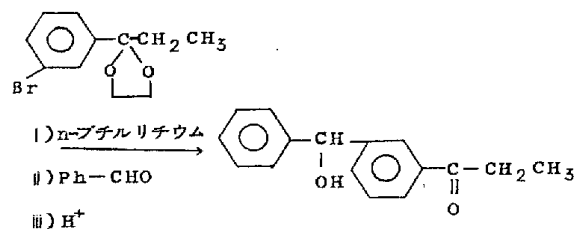
参考例

3'-ブロモプロピオフェノンエチレンアセタールの製造



- 4 -

の製造



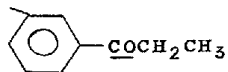
窒素ガス気流下に、ドライアイスとメチルアルコールとの混合物にて冷却しつつ 3'-ブロモプロピオフェノンエチレンアセタール (参考例記載の方法にて製造したもの) 10.28g (0.04モル) の無水テトラヒドロフラン 50ml 溶液に n-ブチルリチウム (14.5~17%) のヘキサン溶液 31.8ml を 30 分間で添加し、次いで 2 時間に亘り攪拌する。しかる後にベンズアルデヒド 4.2g を添加し更に 1.5 時間に亘り攪拌する。次いで、10% 硫酸溶液 50ml を添加し室温において 1.5 時間攪拌し、エーテル抽出し、水洗し、硫酸ナトリウムにて乾燥し、エーテルを留去し、残渣を減圧下に蒸溜すれば目的生成物 7.6g (収率 79.2%) が得られ

る。

沸 点 175~182°C / 0.1 mmHg

IR スペクトル $\nu_{\text{max}}^{\text{ner t}}$ cm^{-1} :3440 $\begin{matrix} \text{Ph} \\ \text{Ph} \end{matrix} \text{CH-OH}$

1690

NMR スペクトル (CDCl_3) δ ppm:1.07 (3H, t, $J=6.7\text{Hz}$, CH_3)2.8 (2H, q, $J=6.7\text{Hz}$, CH_2)

3.8 (1H, 幅広, OH)

5.7 (1H, s, $\begin{matrix} \text{Ph} \\ \text{Ph} \end{matrix} \text{CH-OH}$)

8.2~7.1 (9H, m, 芳香族)

特 許 出 願 人 塩 入 孝 之

同 株式会社 三和化学研究所

代理人 井理士 佐 々 木 功